

JP1994196023A

1994-7-15

**Bibliographic Fields**

**Document Identity**

(19)【発行国】

日本国特許庁(JP)

(19) [Publication Office]

Japan Patent Office (JP)

(12)【公報種別】

公開特許公報(A)

(12) [Kind of Document]

Unexamined Patent Publication (A)

(11)【公開番号】

特開平6-196023

(11) [Publication Number of Unexamined Application]

Japan Unexamined Patent Publication Hei 6- 196023

(43)【公開日】

平成6年(1994)7月15日

(43) [Publication Date of Unexamined Application]

1994 (1994) July 15\*

**Public Availability**

(43)【公開日】

平成6年(1994)7月15日

(43) [Publication Date of Unexamined Application]

1994 (1994) July 15\*

**Technical**

(54)【発明の名称】

透明導電性フィルムおよびその製造方法

(54) [Title of Invention]

**TRANSPARENT CONDUCTIVE FILM AND ITS  
MANUFACTURING METHOD**

(51)【国際特許分類第5版】

H01B 5/14 A

(51) [International Patent Classification, 5th Edition]

B32B 9/04 2126-4F

H01B 5/14 A

C08J 7/06 B

B32B 9/04 2126-4F

C23C 14/06 9271-4K

C08J 7/06 B

14/08 9271-4K

C23C 14/06 9271-41-

H01B 13/00 503 B 7244-5G

14/08 9271-4K

【請求項の数】

H01B 13/00 503 B 7244-54-

5

[Number of Claims]

5

【全頁数】

[Number of Pages in Document]

7

7

**Filing**

【審査請求】

[Request for Examination]

未請求

Unrequested

(21)【出願番号】

(21) [Application Number]

特願平4-342849

Japan Patent Application Hei 4- 342849

(22)【出願日】

(22) [Application Date]

平成4年(1992)12月22日

1992 (1992) December 22\*

**Parties****Applicants**

(71)【出願人】	(71) [Applicant]
【識別番号】	[Identification Number]
000000941	000000941
【氏名又は名称】	[Name]
鐘淵化学工業株式会社	KANEKA CORPORATION (DB 69-053-5406)
【住所又は居所】	[Address]
大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号	Osaka Prefecture Osaka City Kita-ku Nakanoshima 3-Chome 2-4

**Inventors**

(72)【発明者】	(72) [Inventor]
【氏名】	[Name]
宮崎 龍法	Miyazaki **
【住所又は居所】	[Address]
京都府京都市西京区上桂三ノ宮町50-39 第 5コーポ中川303	Kyoto Prefecture Kyoto City Saikyo-ku *** [no] Miya *50- 39 5th Coop Nakagawa 303
(72)【発明者】	(72) [Inventor]
【氏名】	[Name]
林 明峰	Hayashi *apex
【住所又は居所】	[Address]
兵庫県神戸市長田区片山町5丁目11-3-4 07	Hyogo Prefecture Kobe City Nagata-ku Katayama-cho 5-Chome 11- 3- 407
(72)【発明者】	(72) [Inventor]
【氏名】	[Name]
松本 賢次	Matsumoto Kenji
【住所又は居所】	[Address]
兵庫県神戸市西区学園西町7丁目1番地737 号棟205号室	Hyogo Prefecture Kobe City Nishi-ku Gakuen Nishi-machi 7-1 737*tower 205**
(72)【発明者】	(72) [Inventor]
【氏名】	[Name]
斎木 幸治	Saiki Koji
【住所又は居所】	[Address]
大阪府豊中市北条町4-6-1 ルネ豊中121	Osaka Prefecture Toyonaka City Hokujo *4- 6- 1 [rune] **121

**Agents**

(74)【代理人】	(74) [Attorney(s) Representing All Applicants]
-----------	--

## 【弁理士】

## 【氏名又は名称】

山本 秀策

## Abstract

## (57)【要約】

## 【目的】

水蒸気バリヤー性、酸素バリヤー性、導電性および透明性に優れ、かつフィルム基板と透明バリヤー性薄膜との付着力が大きい透明導電性フィルムおよびその製造方法を提供する。

## 【構成】

透明フィルム基板上に、ケイ素酸化物を主体とする金属酸化物、またはケイ素窒化物を主体とする金属窒化物の透明バリヤー性薄膜が20~100nmの厚みで形成され、さらにインジウム酸化物を主体とする金属酸化物の透明導電性薄膜が20~200nmの厚みで形成された透明導電性フィルムであって、該フィルム基板を含む透明バリヤー性薄膜の酸素透過度が1ml/m<sup>2</sup>/日以下および水蒸気透過度が1g/m<sup>2</sup>/日以下であり、かつフィルム基板と透明バリヤー性薄膜との付着力が100g/cm以上である、透明導電性フィルム。

## Claims

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

透明フィルム基板上に、ケイ素酸化物を主体とする金属酸化物、またはケイ素窒化物を主体とする金属窒化物の透明バリヤー性薄膜が20~100nmの厚みで形成され、さらにインジウム酸化物を主体とする金属酸化物の透明導電性薄膜が20~200nmの厚みで形成された透明導電性フィルムであって、

該フィルム基板を含む透明バリヤー性薄膜の酸素透過度が1ml/m<sup>2</sup>/日以下および水蒸気透過度が1g/m<sup>2</sup>/日以下であり、かつフィルム基板と透明バリヤー性薄膜との付着力が100g/cm以上である、

透明導電性フィルム。

## 【請求項 2】

## [Patent Attorney]

## [Name]

Yamamoto Shusaku

## (57) [Abstract]

## [Objective]

It is superior in moisture barrier property , oxygen barrier property , electrical conductivity , and transparency it offers transparent conductive film and its manufacturing method where at same time adhesion force of film substrate and transparent barrier property thin film is large.

## [Constitution]

On transparent film substrate , transparent barrier property thin film of metal nitride which designates metal oxide , or the silicon nitride which designates silicon oxide as main component as main component to be formed with thickness of 20 - 100 nm , furthermore with transparent conductive film where transparent electrically conductive thin film of metal oxide which designates indium oxide as main component was formed with thickness of 20 - 200 nm , oxygen permeability of transparent barrier property thin film which includes said film substrate 1 ml /m<sup>2</sup>/day or less and water vapor permeability 1 g/m<sup>2</sup>/day or less, At same time adhesion force of film substrate and transparent barrier property thin film is 100 g/cm or more ,transparent conductive film .

## [Claim(s)]

## [Claim 1]

With transparent conductive film where transparent electrically conductive thin film of metal oxide where on transparent film substrate , the transparent barrier property thin film of metal nitride which designates metal oxide , or silicon nitride which designates silicon oxide as main component as main component is formed with the thickness of 20 - 100 nm , furthermore designates indium oxide as main component was formed with thickness of 20 - 200 nm ,

oxygen permeability of transparent barrier property thin film which includes said film substrate 1 ml /m<sup>2</sup>/day or less and water vapor permeability 1 g/m<sup>2</sup>/day or less, at same time adhesion force of film substrate and transparent barrier property thin film is 100 g/cm or more ,

transparent conductive film .

## [Claim 2]

透明導電性フィルムのシート抵抗が  $100\Omega/\square$  以下であり、かつ光線透過率が 75% 以上である、請求項 1 に記載の透明導電性フィルム。

#### 【請求項 3】

前記透明フィルム基板がポリアリレートフィルム基板である、請求項 1 あるいは 2 に記載の透明導電性フィルム。

#### 【請求項 4】

透明フィルム基板上に、マグネトロンスパッタリング法により、ケイ素酸化物を主体とする金属酸化物、またはケイ素窒化物を主体とする金属窒化物の透明バリヤー性薄膜を形成する工程、および該透明バリヤー性薄膜上に、マグネトロンスパッタリング法により、インジウム酸化物を主体とする金属酸化物の透明導電性薄膜を形成する工程を包含する。

透明導電性フィルムの製造方法。

#### 【請求項 5】

前記透明バリヤー性薄膜を形成するマグネトロンスパッタリング法において、ターゲット上の成膜電力密度が  $1.0\sim4.0W/cm^2$  であり、かつ成膜プロセス圧力が  $1\times10^{-3}\sim3\times10^{-3}Torr$  であり、前記透明導電性薄膜を形成するマグネトロンスパッタリング法において、ターゲット上の成膜電力密度が  $0.1\sim2.0W/cm^2$  であり、かつ成膜プロセス圧力が  $3\times10^{-3}\sim9\times10^{-3}Torr$  である、請求項 4 に記載の透明導電性フィルムの製造方法。

### Specification

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

#### 【産業上の利用分野】

本発明は、水蒸気バリヤー性、酸素バリヤー性などのガスバリヤー性、導電性および透明性が良好であり、かつフィルム基板と透明バリヤー性薄膜との付着力が十分な透明導電性フィルムおよびその製造方法に関する。

##### 【0002】

#### 【従来の技術】

エレクトロニクス技術の急速な進歩にともない、液晶表示素子、太陽電池用光電交換素子など

sheet resistance of transparent conductive film being  $100\Omega/\square$  or below , at same time light transmittance is 75% or more , transparent conductive film . which is stated in Claim 1

#### [Claim 3]

Aforementioned transparent film substrate is polyarylate film substrate , transparent conductive film . which is stated in Claim 1 or 2

#### [Claim 4]

On transparent film substrate , on step. and said transparent barrier property thin film which form transparent barrier property thin film of the metal nitride which designates metal oxide , or silicon nitride which designates the silicon oxide as main component with magnetron sputtering method , as main component , step which forms transparent electrically conductive thin film of metal oxide which designates indium oxide as main component with magnetron sputtering method , is included,

manufacturing method . of transparent conductive film

#### [Claim 5]

film formation power density on target with  $1.0\sim4.0W/cm^2$  , at same time the film forming process pressure being  $1\times10^{-3}\sim3\times10^{-3}Torr$  in magnetron sputtering method which forms aforementioned transparent barrier property thin film ,film formation power density on target with  $0.1\sim2.0W/cm^2$  , at same time the film forming process pressure is  $3\times10^{-3}\sim9\times10^{-3}Torr$  in magnetron sputtering method which forms aforementioned transparent electrically conductive thin film ,manufacturing method . of transparent conductive film which is stated in Claim 4

#### [Description of the Invention]

##### 【0001】

#### [Field of Industrial Application]

As for this invention, moisture barrier property , oxygen barrier property or other gas barrier property , electrical conductivity and transparency being satisfactory, at the same time adhesion force of film substrate and transparent barrier property thin film regards sufficient transparent conductive film and its manufacturing method .

##### 【0002】

#### [Prior Art]

Attendant upon quick progress of electronics technology, transparent electrode , where application to photoelectric

への応用が進んでいる透明電極、さらには、該透明電極あるいはその他の用途に好適な導電性薄膜の特性の向上が急務となっている。

## 【0003】

一般に、このような透明電極は導電性薄膜をガラス基板上に形成して得られる。

ガラス基板上に導電性薄膜を形成することにより得られる製品の例としては、酸化スズなどにより薄膜を形成したネサガラス、酸化インジウムと酸化スズとの混合物(ITO)により薄膜を形成したITOガラス、金・銀などにより導電性薄膜を形成した導電性ガラスなどが知られている。

しかしながら、基板として用いるガラスには、衝撃に弱い、重い、可とう性がない、大面積化がしにくいなどの欠点がある。

## 【0004】

それらの欠点を補うために、例えばプラスチックフィルムを基板とする透明導電性フィルムが製造されている。

プラスチックフィルムには、耐衝撃性、可とう性、軽量、大面積化のしやすさ、加工性の良さなどの利点があり、プラスチックフィルムを基板とする透明導電性フィルムは、この利点を活用して液晶表示素子、タッチパネル、帯電防止用フィルム、赤外線反射膜などに用いられている。

## 【0005】

現在、透明導電性フィルムは、エレクトロニクス表示デバイス分野で広く利用されており、それに用いられている透明導電性薄膜としては、導電性と透明性との双方に優れ、しかもパターン加工が容易であることからITO薄膜が主流である。

## 【0006】

前記ITO薄膜をプラスチックフィルム基板上に形成する方法としては、真空蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法などが知られている。

これらの中では、フィルムへの密着性がよい、膜の均一性がよい、膜質のコントロールが容易である、生産性がよいなどの理由から、マグネットロンスパッタリング法が多く利用されている。

## 【0007】

exchange element etc for liquid crystal display element , solar battery is advanced furthermore, improvement of characteristic of preferred electrically conductive thin film has become urgent business in said transparent electrode or other application .

## [0003]

Generally, transparent electrode a this way is acquired forming electrically conductive thin film on the glass substrate .

As example of product which is acquired by forming electrically conductive thin film on the glass substrate , electrically conductive glass etc which formed electrically conductive thin film ITO glass , gold \*silver etc which formed thin film formed thin film with tin oxide etc by NESA glass , indium oxide which andwith blend (ITO ) of tin oxide is informed.

But, it is weak in impact in glass which it uses as substrate ,it is heavy, there is not a flexibility , there is a or other deficiency which surface area enlarging is difficult to do.

## [0004]

In order to supply those deficiency , transparent conductive film which designates for example plastic film as substrate is produced.

There is a good quality or other benefit of ease , fabricability of impact resistance , flexibility , light weight , surface area enlarging in plastic film ,transparent electrical conductivity film which designates plastic film as substrate , utilizing the this benefit , is used for film , infrared light reflective film etc for liquid crystal display element , touch panel , antistatic .

## [0005]

Presently, transparent conductive film is utilized widely with electronics display device field , both of the electrical conductivity and transparency is superior as transparent electrically conductive thin film which is used for that,furthermore ITO thin film is mainstream from fact that patterning is easy.

## [0006]

vacuum vapor deposition method , sputtering method , ion plating method etc is known as method which forms aforementioned ITO thin film on plastic film substrate .

Among these, adhesion to film is good, uniformity of film is good, control of film quality is easy, from or other reason where the productivity is good, magnetron sputtering method is mainly utilized.

## [0007]

一般に、基板として単一のプラスチックフィルム材料を用いる場合には、酸素バリア性、水蒸気バリア性、耐溶剤性などの諸特性を満足することができない。

そのため、フィルム材料に対して下塗や表面処理を施して複合化したものが用いられる。

複合化には、コーティング法、スパッタリング法などの公知の方法を用いるが、従来はコーティング法による複合化が広く用いられてきた。

コーティング法による複合化において、酸素バリア性を付与するために、通常エバール樹脂をコーティングするが、糊が必要であるし、エバール樹脂自身耐熱性が不足し、できた複合化材料の耐熱性が不十分であった。

スパッタリング法による複合化においては、 $\text{SiO}_x$ を蒸着するのが普通であったが、必要なバリア性を得るには 60nm 程度の厚みが必要であり、この厚みになると、クラックが発生しやすい、着色しやすいなどの問題がある。

さらに、酸素バリア性が十分な水蒸気バリア性材料はなかった。

このほか、液晶表示素子用の基板には、その製造工程上、フィルム基板と薄膜層との十分な付着力が必要となるが、パターン加工中に薄膜剥離などの障害が発生するなどの問題がある。

#### 【0008】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記の欠点を解決しようとするもので、その目的は、水蒸気バリア性、酸素バリア性などのガスバリア性、導電性および透明性が良好な透明導電性フィルムを提供することにある。

本発明の他の目的は、透明フィルム基板上に、バリア性薄膜および導電性薄膜が積層され、上記性能を有する透明導電性フィルムであって、フィルム基板と透明バリア性薄膜との接着性に優れた透明導電性フィルムを提供することにある。

#### 【0009】

本発明の他の目的は、そのような透明導電性フィルムの製造方法を提供することにある。

#### 【0010】

When generally, single plastic film material is used as substrate , it is not possible to satisfy oxygen barrier property , moisture barrier property , solvent resistance or other characteristics .

Because of that, administering undercoating and surface treatment vis-a-vis the film material , it can use those which composite making it does.

coating method , sputtering method or other known method is used to composite making , but composite making was widely used until recently with coating method .

EVAR resin coating is designated as in order to grant oxygen barrier property in composite making , usually with coating method , but cement is necessary the heat resistance of composite making material where and, EVAR resin itself heat resistance becomes insufficient, is possible was insufficient .

vapor deposition  $\text{SiO}_{\text{x}}$  it was normal with sputtering method regarding composite making , to do, but to obtain necessary barrier property , thickness of 60 nm extent being necessary, when it becomes this thickness , crack is easy to occur, there is a or other problem which it is easy to color.

Furthermore, as for sufficient moisture barrier property material there was not a oxygen barrier property .

this other things, on production step , sufficient adhesion force of film substrate and thin film layer becomes necessary in substrate for liquid crystal display element , but there is a or other problem where thin film stripping or other disorder occurs in patterning .

#### 【0008】

##### 【Problems to be Solved by the Invention】

As for this invention, being something which it tries to solve the above-mentioned deficiency , as for objective , it is to offer transparent conductive film where moisture barrier property , oxygen barrier property or other gas barrier property , electrical conductivity and transparency are satisfactory.

With transparent conductive film where as for other objective of this invention , on the transparent film substrate , barrier property thin film and electrically conductive thin film are laminated, possess the above-mentioned performance , it is to offer transparent conductive film which is superior in adhesiveness of film substrate and transparent barrier property thin film .

#### 【0009】

Other objective of this invention is to offer manufacturing method of that kind of transparent conductive film .

#### 【0010】

## 【課題を解決するための手段】

本発明者らは前記問題点を解決するために鋭意研究を行った結果、スパッタリング法により透明バリヤー性薄膜および透明導電性薄膜をフィルム基板上に形成する際に、成膜条件を制御することによって、ガスバリヤー性、導電性および透明性が良好であり、かつフィルム基板と透明バリヤー性薄膜との付着力が十分な透明導電性フィルムが得られることを見いたし、本発明を完成した。

## 【0011】

本発明の透明導電性フィルムは、透明フィルム基板上に、ケイ素酸化物を主体とする金属酸化物、またはケイ素窒化物を主体とする金属窒化物の透明バリヤー性薄膜が 20~100nm の厚みで形成され、さらにインジウム酸化物を主体とする金属酸化物の透明導電性薄膜が 20~200nm の厚みで形成された透明導電性フィルムであつて;該フィルム基板を含む透明バリヤー性薄膜の酸素透過度が  $1\text{ml}/\text{m}^2/\text{日}$  以下および水蒸気透過度が  $1\text{g}/\text{m}^2/\text{日}$  以下であり、かつフィルム基板と透明バリヤー性薄膜との付着力が  $100\text{g}/\text{cm}$  以上であり;そのことにより上記目的が達成される。

## 【0012】

本発明の透明導電性フィルムの製造方法は、透明フィルム基板上に、マグネットロンスパッタリング法により、ケイ素酸化物を主体とする金属酸化物、またはケイ素窒化物を主体とする金属窒化物の透明バリヤー性薄膜を形成する工程、および該透明バリヤー性薄膜上に、マグネットロンスパッタリング法により、インジウム酸化物を主体とする金属酸化物の透明導電性薄膜を形成する工程を包含し、そのことにより上記目的が達成される。

## 【0013】

本発明の透明導電性フィルムに用いられる透明フィルム基板は、透明なプラスチックフィルムから形成され、厚みが  $20\text{~}200\ \mu\text{m}$  、好ましくは  $75\text{~}125\ \mu\text{m}$  の範囲の基板であり、光線透過率が 85%以上、好ましくは 90%以上であり、表面の平滑性が良好なフィルムである。

## 【0014】

前記基板の厚みが  $20\text{~}200\ \mu\text{m}$  であれば、光線

## [Means to Solve the Problems]

As for these inventors as for result of doing diligent research in order to solve aforementioned problem , when forming transparent barrier property thin film and transparent electrically conductive thin film on film substrate with sputtering method , by fact that film formation condition is controlled,gas barrier property , electrical conductivity and transparency being satisfactory, at same time adhesion force of film substrate and transparent barrier property thin film fact that sufficient transparent conductive film is acquired wasdiscovered, this invention was completed.

## [0011]

With transparent conductive film where transparent electrically conductive thin film of metal oxide where as for transparent conductive film of this invention , on transparent film substrate , transparent barrier property thin film of metal nitride which designates the metal oxide , or silicon nitride which designates silicon oxide as main component as the main component is formed with thickness of  $20\text{ - }100\ \text{nm}$  , furthermore redesignates indium oxide as main component was formed with thickness of  $20\text{ - }200\ \text{nm}$  ; oxygen permeability of transparent barrier property thin film which includes said film substrate  $1\ \text{ml}/\text{m}^{<2>}/\text{day}$  or less and water vapor permeability  $1\ \text{g}/\text{m}^{<2>}/\text{day}$  or less, at same time adhesion force of film substrate and transparent barrier property thin film being  $100\ \text{g}/\text{cm}$  or more , above-mentioned objective is achieved; with especially.

## [0012]

manufacturing method of transparent conductive film of this invention on transparent film substrate , on step. and the said transparent barrier property thin film which form transparent barrier property thin film of metal nitride which designates metal oxide , or silicon nitride which designates silicon oxide as main component with magnetron sputtering method , as main component , includes step which forms transparent electrically conductive thin film of metal oxide whichdesignates indium oxide as main component with magnetron sputtering method , Above-mentioned objective is achieved with especially.

## [0013]

transparent film substrate which is used for transparent conductive film of this invention is formed from the transparent plastic film , thickness with substrate of range of  $20\text{ - }200;\mu\text{m}$  , preferably  $75\text{~}125;\mu\text{m}$  , light transmittance is 85% or more , preferably 90% or more , it is a film where smoothness of the surface is satisfactory.

## [0014]

If thickness of aforementioned substrate is  $20\text{ - }200;\mu\text{m}$  ,

透過率が 85%以上となり、表面の平滑性が良好で、フィルムの厚みが均一な透明導電性フィルムが得られやすい。

前記基板の光線透過率が 90%以上の場合は、形成された透明導電性フィルムの透明度も良好であり、かつ透明導電性フィルムの表面の平滑性も良好となるため、エッティングなどの微細加工性も向上する。

また、前記基板の光線透過率が 85%未満の場合には、作成された透明導電性フィルムの透明度が低くなるため、一般には好ましくない。

#### 【0015】

上記プラスチックフィルムを形成するプラスチック材料としては、ポリアリレート(PAR)、ポリエチレンテレフタレート(PET)、ポリカーボネート(PC)、ポリエーテルサルファン(PES)、ポリサルファン、ポリアミド、セルローストリアセテート(TAC)などが挙げられるが、これらに限定されない。

上記プラスチック材料の中では、透明性が高く、耐熱性に優れたポリアリレートが好ましく、特に液晶表示素子の用途に使用するのに適している。

#### 【0016】

上記プラスチックフィルムは、単一の材料から形成されるフィルムに限定されず、フィルム基板と透明バリアー性薄膜との付着強度の改善、ガスバリアー性の向上、耐溶剤性の改善などの目的で、各種下塗または表面処理が施された複合フィルムを用いてもよい。

複合化にあたっては、コーティング法またはスパッタリング法などの公知の方法が用いられる。

#### 【0017】

上記透明フィルム基板上に形成される透明バリアー性薄膜は、ケイ素酸化物を主体とする金属酸化物、またはケイ素窒化物を主体とする金属窒化物で形成され、その厚みは 20~100nm、好ましくは 25~60nm の範囲であり、酸素透過度が  $5\text{ml}/\text{m}^2/\text{日}$  以下、好ましくは  $1\text{ml}/\text{m}^2/\text{日}$  以下であり、水蒸気透過度が  $5\text{g}/\text{m}^2/\text{日}$  以下、好ましくは  $1\text{g}/\text{m}^2/\text{日}$  以下である。

厚みが 20nm 未満の場合には、ガスバリアー性

the light transmittance becomes 85% or more , smoothness of surface is satisfactory, the thickness of film is easy to be acquired uniform transparent conductive film .

When light transmittance of aforementioned substrate is 90% or more , clarity of transparent conductive film which was formed and being satisfactory, at same time because smoothness of surface of transparent conductive film and it becomes satisfactory, etching or other microfabrication ability improve.

In addition, when light transmittance of aforementioned substrate is under 85%, because clarity of transparent conductive film which was drawn up becomes low, it is not desirable generally.

#### 【0015】

polyarylate (PAR ), polyethylene terephthalate (PET ), polycarbonate (PC ), polyether sulfone (PES ), you can list polysulfone , polyamide , cellulose triacetate (TAC ) etc, as plastic material which forms above-mentioned plastic film ,but it is not limited in these.

In above-mentioned plastic material , transparency is high, it is suitable in order polyarylate which is superior in heat resistance is desirable, to use for application of especially liquid crystal display element .

#### 【0016】

Above-mentioned plastic film is not limited in film which is formed from single material , with improvement or other objective of improvement of adhesion strength of film substrate and transparent barrier property thin film , improvement and solvent resistance of gas barrier property ,making use of composite film where various undercoating or surface treatment are administered is good.

At time of composite making , it can use coating method or sputtering method or other known method .

#### 【0017】

transparent barrier property thin film which is formed on above-mentioned transparent film substrate is formed with metal oxide , which designates silicon oxide as main component or metal nitride which designates silicon nitride as main component , as for thickness in range of 20 -100 nm , preferably 25~60nm , oxygen permeability with  $5\text{ ml}/\text{m}^{<sup>2</sup>}/\text{day}$  or less and below preferably  $1\text{ ml}/\text{m}^{<sup>2</sup>}/\text{day}$  , the water vapor permeability below preferably  $1\text{ g/m}^{<sup>2</sup>}/\text{day}$  is  $5\text{ g/m}^{<sup>2</sup>}/\text{day}$  or less and.

When thickness is under 20 nm , gas barrier property being

が不十分で好ましくなく、100nm を越える場合には、クラックが発生しやすくなり、好ましくない。

## 【0018】

上記ケイ素酸化物を主体とする金属酸化物とは、二酸化ケイ素であるか、あるいはこれを主成分とする混合物であり、該混合物中には一酸化ケイ素、酸化アルミニウムなどの金属酸化物の少なくとも 1 種が含有され得る。

上記ケイ素窒化物を主体とする金属窒化物とは、窒化ケイ素であるか、あるいはこれを主成分とする混合物であり、該混合物中には窒化アルミニウムなどの金属窒化物の少なくとも 1 種が含有され得る。

## 【0019】

これらの化合物としては、 $\text{SiO}_x$ 、 $\text{SiAlN}$  などが挙げられる。

これらの化合物のうち、 $\text{SiO}_x$ 、特に  $x$  の値が 1.3~1.8、好ましくは 1.5 である化合物を用いた透明パリヤー性薄膜においては、酸素パリヤー性および水蒸気パリヤー性が十分であり、透明パリヤー性薄膜の透明フィルム基板に対する付着力を発現することから好ましい。

## 【0020】

透明パリヤー性薄膜上に形成される透明導電性薄膜は、インジウム酸化物を主体とする金属酸化物で形成され、その厚みは 20~200nm、好ましくは 50~150nm の範囲である。

この薄膜は、好ましくはその光線透過率が 80% 以上、さらに好ましくは 85% 以上であり、好ましくはシート抵抗が  $100\ \Omega/\square$  以下、さらに好ましくは  $50\ \Omega/\square$  以下である。

上記透明導電性薄膜の厚みが 60~150nm の範囲の場合には、光線透過率およびシート抵抗の双方を好適な範囲(80%以上、 $100\ \Omega/\square$  以下)に調節しやすい。

上記の厚みが 20nm 未満の場合には、シート抵抗が  $100\ \Omega/\square$  以上となり、好ましくなく、200nm を越える場合には、光線透過率が 80% 以下となり、またクラックも発生しやすく、好ましくない。

上記光線透過率が 85% 程度以上の場合には、形成された透明導電性フィルムの透明性が良好であるため特に好ましい。

## 【0021】

insufficient, it becomes desirable, when it exceeds 100 nm, crack easy, to occur is not desirable.

## [0018]

metal oxide which designates above-mentioned silicon oxide as main component is silicon dioxide, or or with blend which designates this as main component, at least 1 kind of silicon monooxide, aluminum oxide or other metal oxide can be contained in said blend.

metal nitride which designates above-mentioned silicon nitride as main component is silicon nitride, or or with blend which designates this as main component, at least 1 kind of aluminum nitride or other metal nitride can be contained in said blend.

## [0019]

As these compound, you can list  $\text{SiO}_{\substack{x}}$ ,  $\text{SiAlN}$  etc.

oxygen barrier property and moisture barrier property being fully among these compound, value of  $\text{SiO}_{\substack{x}}$ , especially  $x$  1.3 - 1.8, regarding transparent barrier property thin film which uses compound which is a preferably 1.5, it is desirable from fact that the adhesion force for transparent film substrate of transparent barrier property thin film is revealed.

## [0020]

transparent electrically conductive thin film which is formed on transparent barrier property thin film is formed with metal oxide which designates indium oxide as main component, thickness is range of 20 - 200 nm, preferably 50-150nm.

As for this thin film, light transmittance of preferably 80% or more, furthermore being preferably 85% or more, preferably sheet resistance  $100:\text{oa}/\square$  or below, furthermore is preferably  $50:\text{oa}/\square$  or below.

When thickness of above-mentioned transparent electrically conductive thin film is range of 60 - 150 nm, it is easy to do to adjust both parties of light transmittance and the sheet resistance in preferred range (80% or more,  $100:\text{oa}/\square$  or below).

When above-mentioned thickness is under 20 nm, sheet resistance becomes  $100:\text{oa}/\square$  or more, is not desirable, when it exceeds 200 nm, light transmittance becomes 80% or less, in addition also crack is easy to occur, is not desirable.

When above-mentioned light transmittance is 85% extent or greater, because transparency of the transparent conductive film which was formed is satisfactory especially it is desirable.

## [0021]

上記インジウム酸化物を主体とする金属酸化物とは、酸化インジウムであるか、またはこれを主成分とする混合物であり、該混合物中には、酸化インジウムが 80 重量%以上、好ましくは 90~95 重量%の割合で含有され、酸化スズ、酸化カドミウムなどの、1 種以上の金属酸化物が 20 重量%以下、好ましくは 5~10 重量%の割合で含有され得る。

## 【0022】

これらの化合物としては、ITO(酸化インジウムと酸化スズとの混合物)、 $\text{CdIn}_2\text{O}_4$  などが挙げられる。

これらの化合物のうち、特に金属換算でスズが 10 重量%以下、好ましくは 5~10 重量%の割合で含有される化合物を用いると、得られた透明導電性薄膜は透明性が高く、シート抵抗が低いめ好ましい。

本発明の透明導電性フィルムは、例えば、上記透明フィルム基板上にマグネットロンスパッタリング法により透明バリヤー性薄膜および透明導電性薄膜を形成することによって製造される。

## 【0023】

フィルム基板上に透明バリヤー性薄膜を形成する場合に使用されるターゲットとしては、上述のケイ素酸化物を主体とする金属酸化物の混合焼結体、またはケイ素窒化物を主体とする金属窒化物の混合焼結体が用いられる。

特に、二酸化ケイ素と一酸化ケイ素との複合酸化物焼結体を用いるのが好ましい。

スパッタリング時のガス組成としては、アルゴンなどの不活性ガスか、またはこれを主成分として酸素、水素などを加えたものが用いられる。

総ガス圧としては、 $1 \times 10^{-3} \sim 3 \times 10^{-3}$ Torr の範囲が好ましい。

$1 \times 10^{-3}$ Torr 未満の場合には放電が不安定になり、好ましくなく、 $3 \times 10^{-3}$ Torr を越える場合には、透明バリヤー性薄膜が十分なガスバリヤー性を示さず、好ましくない。

使用する電源は、バリヤー材料のターゲットが絶縁材料であるため、高周波電源(以下、RF とする)が好ましく、電力密度を RF1.0~4.0W/cm<sup>2</sup>にして成膜することが好ましい。

RF1.0W/cm<sup>2</sup> 未満の場合には、形成された透明バリヤー性薄膜のフィルム基板に対する付着力が不十分となり、好ましくなく、RF4.0W/cm<sup>2</sup> を越

metal oxide which designates above-mentioned indium oxide as main component is indium oxide , or or with blend which designates this as main component , in said blend , indium oxide is contained at ratio of 80 weight % or more , preferably 90~95weight %, metal oxide of tin oxide , cadmium oxide or other , one kind or more can be contained at ratio of 20 weight % or less , preferably 5~10weight %.

## 【0022】

As these compound , ITO (blend of indium oxide and tin oxide ), you can list Cd In  $\text{In}_{2-\delta}\text{O}_{4-\delta}$  etc.

When among these compound , compound where with especially metal conversion the tin is contained at ratio of 10 weight % or less , preferably 5~10weight % is used, transparent electrically conductive thin film which is acquired transparency is high, because sheet resistance is low, is desirable.

transparent conductive film of this invention on for example above-mentioned transparent film substrate is produced by fact that transparent barrier property thin film and transparent electrically conductive thin film are formed with magnetron sputtering method .

## 【0023】

When transparent barrier property thin film is formed on film substrate , it can use mixed sinter of the metal nitride which designates mixed sinter , or silicon nitride of metal oxide which designates above-mentioned silicon oxide as main component as target which is used, as main component .

Especially, it is desirable to use composite oxide sinter of silicon dioxide and the silicon monoxide .

As gas composition at time of sputtering , it can use those which add the oxygen , hydrogen etc argon or other inert gas , or with this as main component .

As entire gas pressure , range of  $1 \times 10^{-3} \sim 3 \times 10^{-3}$ Torr is desirable.

When it is under  $1 \times 10^{-3}$ Torr , when discharge becomes unstable , is not desirable, exceeds  $3 \times 10^{-3}$ Torr , transparent barrier property thin film does not show sufficient gas barrier property , is not desirable.

As for power supply which you use, because target of barrier charge is insulating material , high frequency power supply (Below, RF it does ) is desirable, film formation it is desirable with power density as RF 1.0~4.0W/cm<sup>2</sup> to do.

When it is under RF 1.0W/cm<sup>2</sup>, when adhesion force for film substrate of transparent barrier property thin film which was formed becomes insufficient , is not desirable,

える場合には、ターゲットの冷却不足が起り、ターゲットが破損する恐れがあり好ましくない。

このようにして形成された透明バリヤー性薄膜の厚みは 20~100nm であり、好みしくは 25~60nm である。

#### 【0024】

透明バリヤー性薄膜上に透明導電性薄膜を形成する場合に使用されるターゲットとしては、酸化インジウムを主体とする金属酸化物の複合酸化物焼結体が用いられる。

特に、ITO の焼結体を用いるのが好みしい。

ITO における酸化インジウムと酸化スズの比率としては、上述のように、スズを金属換算で 10 重量%以下の割合で含有することが好みしい。

スパッタリング時のガス組成は、上記透明バリヤー性薄膜の場合と同様である。

総ガス圧としては、 $3 \times 10^{-3}$ ~ $9 \times 10^{-3}$ Torr の範囲が好みしい。

$3 \times 10^{-3}$ Torr 未満の場合には、透明導電性薄膜の内部応力が増大するために透明導電性薄膜の反りが大きくなり、また透明導電性薄膜および透明バリヤー性薄膜のフィルム基板に対する付着力が低下するため、剥離が起こし易くなり、好みしくない。

また、 $9 \times 10^{-3}$ Torr を越える場合には、シート抵抗が大きくなるために実用的でなく、好みしくない。

添加ガスとして、例えば ITO 薄膜の場合、酸素分圧を総ガス圧の 0~5.0% の範囲内でコントロールするのが好みしい。

酸素分圧が、5.0%を越える場合には、シート抵抗が  $100\Omega/\square$  以上となり、好みしくない。

使用する電源は、生産性の観点から直流電源(以下、DC とする)が好みしい。

DC0.1~2.0W/cm<sup>2</sup> の電力密度で成膜することが好みしく、さらに好みしくは、1.2W/cm<sup>2</sup> 未満で成膜することが好みしい。

電力密度が 0.1W/cm<sup>2</sup> 未満の場合には、生産性が低くなる恐れがあり好みしくなく、電力密度が 2.0W/cm<sup>2</sup> を越える場合には、ITO 薄膜の内部応力が大きくなるために ITO 薄膜の反りが大きくなり、また透明導電性薄膜および透明バリヤー性薄膜のフィルム基板に対する付着力が低

exceeds the RF 4.0W/cm<sup>2</sup>, deficient cooling of target happens, target is a possibility the breakage of doing and is not desirable.

thickness of transparent barrier property thin film which was formed this way with 20 - 100 nm , is preferably 25~60nm .

#### [0024]

When transparent electrically conductive thin film is formed on transparent barrier property thin film , it can use composite oxide sinter of the metal oxide which designates indium oxide as main component as target which is used.

Especially, it is desirable to use sinter of ITO .

As ratio of indium oxide and tin oxide in ITO , the above-mentioned way, tin it is desirable with metal conversion to contain at ratio of 10 weight % or less .

gas composition at time of sputtering is similar to case of the above-mentioned transparent barrier property thin film .

As entire gas pressure , range of  $3 \times 10^{-3}$ ~ $9 \times 10^{-3}$ Torr is desirable.

When it is under  $3 \times 10^{-3}$ Torr , warp of transparent electrically conductive thin film is large because the internal stress of transparent electrically conductive thin film increases either, because adhesion force in addition for film substrate of transparent electrically conductive thin film and transparent barrier property thin film decreases, exfoliation the derrick up is easy or, is not desirable.

In addition, when it exceeds  $9 \times 10^{-3}$ Torr , not to be a practical , it is not desirable because sheet resistance quickly becomes large.

As added gas , in case of for example ITO thin film , it is desirable to control the oxygen partial pressure inside 0 - 5.0% ranges of entire gas pressure .

When oxygen partial pressure , it exceeds 5.0%, sheet resistance becomes  $100\Omega/\square$  or more , is not desirable.

As for power supply which you use, direct current power source (Below, DC it does ) is desirable from the viewpoint of productivity .

film formation it is desirable with power density of DC0.1 ~2.0W/cm<sup>2</sup> to do,furthermore film formation it is desirable under preferably , 1.2W/cm<sup>2</sup> to do.

When power density is under 0.1 W/cm<sup>2</sup>, there is a possibility productivity becoming low and it becomes undesirable, when power density exceeds 2.0 W/cm<sup>2</sup> , warp of ITO thin film large because internal stress of ITO thin film becomes large, because adhesion force in addition for film substrate of the transparent electrically

下するために、剥離などを起こす恐れがあり、好ましくない。

透明導電性薄膜の厚みは 20~200nm、好ましくは 50~150nm である。

厚い方が電気抵抗が低下するので好ましいが、折り曲げ時にクラックなどを引き起こし易い。

#### 【0025】

このようにして得られた透明導電性フィルムは、水蒸気バリアー性、酸素バリアー性などのガスバリアー性、導電性および透明性が良好であり、かつフィルム基板と透明バリアー性薄膜との付着力が十分であるので、液晶セル基板、液晶表示素子などの用途に好適に用いられる。

#### 【0026】

##### 【実施例】

以下、本発明を実施例に基づいて説明するが、本発明はこれに限定されない。

実施例中の評価における得られた透明導電性フィルムの評価は、下記の方法により行った。

##### (1)酸素バリアー性

フィルム基板上に形成させた透明バリアー性薄膜の酸素バリアー性を、米国モダンコントロール社製 OX-TRAN100 を用いて測定し、ml/m<sup>2</sup>/日の単位で表示した。

#### 【0027】

##### (2)水蒸気バリアー性

フィルム基板上に形成させた透明バリアー性薄膜の水蒸気バリアー性を、防湿包装材料の透湿度試験方法(カップ法)JIS-Z-0208 に基づいて測定した。

#### 【0028】

##### (3)シート抵抗

透明導電性フィルムのシート抵抗を四探針抵抗率測定法に準じて測定した。

#### 【0029】

##### (4)光線透過率

空気をリファレンスとして、波長 550nm での透明導電性フィルムの光線透過率を百分率で表し

conductive thin film and transparent barrier property thin film decreases, there is a possibility of causing exfoliation etc, It is not desirable.

thickness of transparent electrically conductive thin film is 20 ~ 200 nm , preferably 50~150nm .

Because thicker one decreases electrical resistance , it is desirable, but you bend and time you are easy to cause crack etc.

#### 【0025】

Because as for transparent conductive film which it acquires this way, moisture barrier property , oxygen barrier property or other gas barrier property , electrical conductivity and transparency being satisfactory, at same time adhesion force of the film substrate and transparent barrier property thin film is fully , it is used for ideal for liquid crystal cell substrate , liquid crystal display element or other application .

#### 【0026】

##### 【Working Example(s)】

Below, this invention is explained on basis of Working Example , but this invention is not limited in this.

In evaluation in Working Example , it did evaluation of transparent conductive film which is acquired, with below-mentioned method .

##### (1) oxygen barrier property

oxygen barrier property of transparent barrier property thin film which was formed on film substrate , it measured making use of United States Modern Controls supplied OX-TRAN100, indicated with unit of ml /m<sup>2</sup>/day .

#### 【0027】

##### (2) moisture barrier property

It measured moisture barrier property of transparent barrier property thin film which was formed on film substrate , on basis of moisture permeability test method (cup method ) JIS -Z-0208 of moisture-proofing packaging material .

#### 【0028】

##### (3) sheet resistance

sheet resistance of transparent conductive film was measured according to four probes resistance measurement method.

#### 【0029】

##### (4) light transmittance

With air as reference , light transmittance of transparent conductive film with wavelength 550nm was displayed with

た。

【0030】

(5)付着力

JIS-C-2107、Z-0237 に準じて、透明導電性フィルムの 90 度引き剥し付着力を測定した。

【0031】

(実施例 1)

基板として厚みが  $125\mu\text{m}$  のポリアリレート透明フィルムを使用し、直径 6 インチのターゲットを 2 台備えたマグネットロンスパッタ機(島津製作所株式会社製 HSM-720 型)を用いて、透明バリヤー性薄膜および透明電導性薄膜を順次フィルム基板上に形成した。

透明バリヤー性薄膜を形成する際に、ターゲットとして  $\text{SiO}_{1.5}$  を用い、スパッタガスとしてアルゴンのみを用いた。

総ガス圧  $1.0 \times 10^{-3}\text{Torr}$  およびガス流量 10sccm、パワー条件として、RF400W( $2.35\text{W/cm}^2$ )、スパッタ時間 1.5 分間の条件で成膜を行うと、30nm の厚みの透明バリヤー性薄膜が得られた。

このようにしてフィルム基板上に形成された透明バリヤー性薄膜を用いて、上記(1)および(2)項の試験を行った。

【0032】

次いで、この透明バリヤー性薄膜上に透明電導性薄膜を形成した。

そのときの条件は、次の通りである。

ターゲットとしては酸化スズ比 10 重量%の ITO を用い、スパッタガスとしてアルゴンに酸素を 1% 加えたものを用いた。

総ガス圧  $7.0 \times 10^{-3}\text{Torr}$  およびガス流量 20sccm、パワー条件として DC0.6A250V( $0.88\text{W/cm}^2$ )、スパッタ時間 3 分間の条件で成膜を行い、100nm の厚みの透明電導性薄膜が得られた。

このようにして得られた透明電導性フィルムについて、上記(3)～(5)項の試験を行った。

上記のスパッタ条件および試験の結果を表 1 に示す。

後述の比較例 1 および 2 についても同様に試験

percent.

【0030】

(5) adhesion force

According to JIS -C-2107, Z-0237, 90 degrees of transparent conductive film it pulled and peeled and measured adhesion force .

【0031】

(Working Example 1)

transparent barrier property thin film and transparent electrical conductivity thin film were formed on sequential film substrate making use of the magnetron sputter machine (Shimadzu Corporation (DB 69-055-8747 ) KK make HSM-720 type) to which thickness uses polyarylate transparent film of  $125\mu\text{m}$  as substrate , 2 has target of diameter 6inch .

When forming transparent barrier property thin film , as target only argon was used making use of  $\text{SiO}_{1.5}$ , as sputter gas .

As entire gas pressure  $1.0 \times 10^{-3}\text{Torr}$  and gas flow 10sccm , power condition , when RF 400W ( $2.35\text{W/cm}^2$  ), film formation is done with condition of sputtering time 1.5 min , transparent barrier property thin film of thickness of 30 nm acquired.

It tested above-mentioned (1) and (2) section making use of the transparent barrier property thin film which was formed on film substrate this way.

【0032】

Next, transparent electrical conductivity thin film was formed on this transparent barrier property thin film .

condition of that time is as follows.

As target those which oxygen 1% are added were used for the argon making use of ITO of tin oxide Comparative Example 1 0weight %, as sputter gas .

DC0.6A250V ( $0.88\text{W/cm}^2$  ), film formation was done with condition of sputtering time 3 min as the entire gas pressure  $7.0 \times 10^{-3}\text{Torr}$  and gas flow 20sccm , power condition , transparent electrical conductivity thin film of thickness of 100 nm acquired.

Description above (3) - it tested Claim (5) concerning transparent electrical conductivity film which it acquires this way.

Above-mentioned sputter condition and result of test are shown in Table 1 .

It tested in same way concerning later mentioned

を行った。

それらの結果も併せて表 1 に示す。

**[0033]**

透明 バリヤー 性 薄膜 の 成膜 パワー を  $2.35 \text{ W/cm}^2$  にして成膜すると、シート抵抗が  $74 \Omega/\square$ 、光線透過率が 79%、酸素バリヤー性が  $0.5 \text{ ml/m}^2/\text{日}$ 、水蒸気バリヤー性が  $0.5 \text{ g/m}^2/\text{日}$ 、および付着力が  $150 \text{ g/cm}$  である透明導電性フィルムが得られた。

**[0034]**

(比較例 1)

透明 電導性 薄膜 の 成膜 パワー を DC $1.6\text{A}250\text{V}$ ( $2.35 \text{ W/cm}^2$ )としたこと以外は実施例 1 と同様にして、透明導電性フィルムを作成した。

結果を表 1 に示す。

透明電導性薄膜の成膜パワーを  $0.88 \text{ W/cm}^2$  から  $2.35 \text{ W/cm}^2$  に上げて成膜すると、付着力が  $20 \text{ g/cm}$  と不十分で薄膜層が剥離してしまった。

**[0035]**

(比較例 2)

透明電導性薄膜の成膜時のプロセス圧力を  $1.0 \times 10^{-3} \text{ Torr}$  としたこと以外は実施例 1 と同様にして、透明導電性フィルムを作成した。

結果を表 1 に示す。

透明電導性薄膜の成膜時のプロセス圧力を  $7.0 \times 10^{-3} \text{ Torr}$  から  $1.0 \times 10^{-3} \text{ Torr}$  に下げて成膜すると、シート抵抗が  $35 \Omega/\square$  となり、電気抵抗の低い透明電導性薄膜が得られるものの、付着力が不足するため剥離が起こった。

**[0036]**

**【表 1】**

Comparative Examples 1 and 2 .

It shows also those results together in Table 1 .

**[0033]**

When film formation it does with film formation power of transparent barrier property thin film as  $2.35 \text{ W/cm}^2$ , the sheet resistance  $74:\text{oa }/\text{square}$ , light transmittance 79%, oxygen barrier property acquired  $0.5 \text{ ml}/\text{m}^2/\text{day}$ , moisture barrier property transparent conductive film where  $0.5 \text{ g/m}^2/\text{day}$ , and adhesion force are  $150 \text{ g/cm}$ .

**[0034]**

(Comparative Example 1)

film formation power of transparent electrical conductivity thin film DC $1.6\text{A}250\text{V}$  ( $2.35 \text{ W/cm}^2$ ) with other than thing which isdone transparent conductive film was drawn up with as similar to Working Example 1.

Result is shown in Table 1 .

From  $0.88 \text{ W/cm}^2$  increasing film formation power of transparent electrical conductivity thin film to  $2.35 \text{ W/cm}^2$ , when film formation it does, adhesion force thin film layer peeled off with  $20 \text{ g/cm}$  and insufficient .

**[0035]**

(Comparative Example 2)

Other than thing which designates process pressure at time of the film formation of transparent electrical conductivity thin film as  $1.0 \times 10^{-3} \text{ Torr}$  transparent conductive film was drawn up with as similarto Working Example 1.

Result is shown in Table 1 .

process pressure at time of film formation of transparent electrical conductivity thin film lowering to  $1.0 \times 10^{-3} \text{ Torr}$  from  $7.0 \times 10^{-3} \text{ Torr}$ , when film formation it does, sheet resistance becomes  $35:\text{oa }/\text{square}$ , although transparent electrical conductivity thin film where electrical resistance is low is acquired, because adhesion force becomes insufficient, exfoliation happened.

**[0036]**

**【Table 1】**

		実施例 1	比較例 1	比較例 2
スパッタリングの条件 バリヤー性薄膜	ガス圧(Ar) (Torr)	$1.0 \times 10^{-3}$	$1.0 \times 10^{-3}$	$1.0 \times 10^{-3}$
	成膜パワー (W/cm <sup>2</sup> )	2.35	2.35	2.35
	厚み (nm)	30	30	30
透明電導性薄膜	ガス圧(Ar+O <sub>2</sub> ) (Torr)	$7.0 \times 10^{-3}$	$7.0 \times 10^{-3}$	$1.0 \times 10^{-3}$
	成膜パワー (W/cm <sup>2</sup> )	0.88	2.35	0.88
	厚み (nm)	100	100	100
評価項目	バリヤー性 $O_2$ (ml/m <sup>2</sup> /日)	0.5	0.5	0.5
	$H_2O$ (g/m <sup>2</sup> /日)	0.5	0.5	0.5
	シート抵抗 (Ω/□)	74	45	35
	光線透過率(550nm) (%)	79	79	79
	付着力 (g/cm)	160	20	20

## 【0037】

(実施例 2)

200×700mm<sup>2</sup>のターゲットを2台備えたマグネットロンスパッタリング装置(島津製作所株式会社製SLC-15S型)を使用して、次のように透明電導性フィルムを作成した。

基板として厚みが125μmのポリアリレート透明フィルムを使用した。

透明バリヤー性薄膜を形成する際に、ターゲットとしてSiO<sub>1.5</sub>を用い、スパッタガスとしてアルゴンのみを用いた。

総ガス圧 $1.4 \times 10^{-3}$ Torrおよびガス流量100sccm、パワー条件として、RF1000W(1.11W/cm<sup>2</sup>)、スパッタ時間7.5分間の条件で成膜を行うと、40nmの厚みの透明バリヤー性薄膜が得られた。

このようにしてフィルム基板上に形成された透明バリヤー性薄膜を用いて、上記(1)および(2)

## 【0037】

(Working Example 2)

Using magnetron sputtering apparatus (Shimadzu Corporation (DB 69-055-8747) KK make SLC-15S form ) which 2 has target of 200 X 700mm <sup>2</sup>, followingway it drew up transparent electrical conductivity film .

thickness used polyarylate transparent film of 125;μm as substrate .

When forming transparent barrier property thin film , as target only argon was used makinguse of SiO<sub>1.5</sub>, as sputter gas .

As entire gas pressure  $1.4 \times 10^{-3}$ Torr and gas flow 100sccm , power condition , when RF 1000W (1.11 W/cm <sup>2</sup> ), film formation isdone with condition of sputtering time 7.5 min , transparent barrier property thin film of thickness of 40 nm acquired.

It tested above-mentioned (1).and (2) section making use of the transparent barrier property thin film which was formed

項の試験を行った。

次いで、この透明バリヤー性薄膜上に透明電導性薄膜を形成した。

そのときの条件は、次の通りである。

ターゲットとしては酸化スズ比 10 重量% の ITO を用い、スパッタガスとしてアルゴンに酸素を 1% 加えたものを用い、総ガス圧  $5.0 \times 10^{-3}$  Torr およびガス流量 50sccm、パワー条件として、DC0.5A300V(0.17W/cm<sup>2</sup>)、スパッタ時間 30 分間の条件で成膜を行い、100nm の厚みの透明電導性薄膜が得られた。

得られた透明電導性フィルムについて、上記(3)~(5)項の試験を行った。

上記のスパッタ条件および試験の結果を表 2 に示す。

後述の比較例 3 についても同様に試験を行つた。

それらの結果も併せて表 2 に示す。

#### 【0038】

透明バリヤー性薄膜の成膜パワーを  $1.11\text{W}/\text{cm}^2$  にして成膜すると、シート抵抗が  $50\Omega/\square$ 、光線透過率が 80%、酸素バリヤー性が  $1.0\text{ml}/\text{m}^2/\text{日}$ 、水蒸気バリヤー性が  $0.5\text{g}/\text{m}^2/\text{日}$ 、および付着力が  $150\text{g}/\text{cm}$  である透明導電性フィルムが得られた。

#### 【0039】

##### (比較例 3)

透明電導性薄膜の成膜時のプロセス圧力を  $1.0 \times 10^{-3}$  Torr とすること以外は実施例 2 と同様にして、透明電導性フィルムを作成した。

透明電導性薄膜の成膜時のプロセス圧力を  $5.0 \times 10^{-3}$  Torr から  $1.0 \times 10^{-3}$  Torr に下げるとシート抵抗が  $45\Omega/\square$ 、光線透過率が 80%、酸素バリヤー性が  $1.0\text{ml}/\text{m}^2/\text{日}$ 、水蒸気バリヤー性が  $0.5\text{g}/\text{m}^2/\text{日}$  である透明電導性フィルムが得られるものの、付着力が  $20\text{g}/\text{cm}$  と低下し、付着力不足による剥離が発生してしまった。

#### 【0040】

on film substrate this way.

Next, this transparent transparent barrier property thin film transparent transparent electrical conductivity thin film it formed.

condition of that time is as follows.

As target making use of ITO of tin oxide Comparative Example 1 Oweight %, as sputter gas the DC0.5A300V (0.17 W/cm<sup>2</sup>), film formation was done with condition of sputtering time 30minute 1% are addedmaking use of those which to argon , oxygen as entire gas pressure  $5.0 \times 10^{-3}$  Torr and gas flow 50sccm , power condition , transparent electrical conductivity thin film of thickness of 100 nm acquired.

Description above (3) - it tested Claim (5) concerning transparent electrical conductivity film which it acquires.

Above-mentioned sputter condition and result of test are shown in Table 2 .

It tested in same way concerning later mentioned Comparative Example 3.

It shows also those results together in Table 2 .

#### 【0038】

When film formation it does with film formation power of transparent barrier property thin film as  $1.11\text{W}/\text{cm}^2$ , the sheet resistance  $50:\text{oa}/\square$  , light transmittance 80%, oxygen barrier property acquired  $1.0\text{ ml}/\text{m}^2/\text{day}$  , moisture barrier property transparent conductive film where  $0.5\text{ g}/\text{m}^2/\text{day}$  , and adhesion force are  $150\text{ g}/\text{cm}$  .

#### 【0039】

##### (Comparative Example 3)

Other than thing which designates process pressure at time of the film formation of transparent electrical conductivity thin film as  $1.0 \times 10^{-3}$  Torr transparent electrical conductivity film was drawn up with as similarto Working Example 2 .

When process pressure at time of film formation of transparent electrical conductivity thin film it lowers to  $1.0 \times 10^{-3}$  Torr from  $5.0 \times 10^{-3}$  Torr, although sheet resistance  $45:\text{oa}/\square$  , light transmittance are acquired 80%, oxygen barrier property transparent electrical conductivity film where  $1.0\text{ ml}/\text{m}^2/\text{day}$  , moisture barrier property are  $0.5\text{ g}/\text{m}^2/\text{day}$  , adhesion force decreased  $20\text{ g}/\text{cm}$  , it was adhesion force insufficient and exfoliationoccurred.

#### 【0040】

【表2】

[Table 2]

		実施例 2	比較例 3
スパッタリングの条件 バリヤー性薄膜	ガス圧(Ar) (Torr)	$1.4 \times 10^{-3}$	$1.4 \times 10^{-3}$
	成膜パワー (W/cm <sup>2</sup> )	1.11	1.11
	厚み (nm)	40	40
透明導電性薄膜	ガス圧(Ar+O <sub>2</sub> ) (Torr)	$5.0 \times 10^{-3}$	$1.0 \times 10^{-3}$
	成膜パワー (W/cm <sup>2</sup> )	0.17	0.17
	厚み (nm)	100	100
評価項目	バリヤー性 $O_2$ (ml/m <sup>2</sup> /日)	1.0	1.0
	$H_2O$ (g/m <sup>2</sup> /日)	0.5	0.5
	シート抵抗 (Ω/□)	50	45
	光線透過率(550nm) (%)	80	80
	付着力 (g/cm)	150	20

【0041】

## 【発明の効果】

本発明によれば、酸素バリヤー性、水蒸気バリヤー性、導電性、透明性などの諸特性を満足し、かつ、フィルム基板と透明バリヤー性薄膜との付着力が 100g/cm 以上という、これまでに得られなかつた特性を有する透明導電性フィルムを提供することができる。

このフィルムは、透明バリヤー性薄膜および透明導電性薄膜の成膜条件を適切にコントロールすることによって調製され得る。

透明フィルム基板を使用しているために、耐衝撃性、軽量、可とう性、大面積化のしやすさ、加工性のよさなどの特徴も有するこの透明導電性フィルムは、各種用途に利用され、特に液晶表

【0041】

## [Effects of the Invention]

According to this invention , oxygen barrier property , moisture barrier property , electrical conductivity , transparency or other characteristics is satisfied, at same time, the transparent conductive film which possesses characteristic which calls film substrate and of transparent barrier property thin film adhesion force 100 g/cm or more , cannot acquire so far can be offered.

this film can be manufactured by fact that film formation condition of transparent barrier property thin film and transparent electrical conductivity thin film is controlled appropriately.

Because transparent film substrate is used, this transparent conductive film which also good quality or other feature of ease , fabricability of impact resistance , light weight , flexibility , surface area enlarging has is utilized in various

**JP1994196023A**

**1994-7-15**

示素子用フィルムとして好適に用いられる。

application , is used for ideal as film for especially liquid crystal display element .